

日本国特許庁

28.09.00

EKU

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

JP00/6713

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

09/857280

出願年月日

Date of Application:

1999年10月 1日

REC'D 17 NOV 2000

出願番号

Application Number:

平成11年特許願第281440号

WIPO

PCT

出願人

Applicant (s):

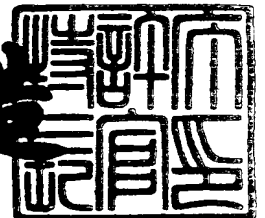
帝人株式会社

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年11月 6日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3089943

【書類名】 特許願

【整理番号】 P32774

【提出日】 平成11年10月 1日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B32B 27/36

【発明の名称】 表面保護フィルムおよびそれからなる積層体

【請求項の数】 8

【発明者】

    【住所又は居所】 神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社  
                        相模原研究センター内

    【氏名】 角 洋幸

【特許出願人】

    【識別番号】 000003001

    【氏名又は名称】 帝人株式会社

    【代表者】 安居 祥策

【代理人】

    【識別番号】 100077263

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 前田 純博

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 010250

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 要約書 1

    【包括委任状番号】 9701951

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 表面保護フィルムおよびそれからなる積層体

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 二軸配向ポリエステルフィルム（A）の片面に粘着剤層（B）を設けたフィルムであって、該フィルムの臨界はね返り係数が 0.5 以下であることを特徴とする表面保護フィルム。

【請求項 2】 粘着剤層（B）の特性が下記（1）～（4）の条件を全て満足する請求項 1 記載の表面保護フィルム。

（1）ステンレス板に対する常態粘着力が  $3 \text{ g} / 25 \text{ mm}$  以上  $50 \text{ g} / 25 \text{ mm}$  以下。

（2）貼合せ後  $60^\circ\text{C}$ 、1 週間維持した前後の常態粘着力の変化率が 0.5 倍以上 2.0 倍以下。

（3）ボールタック測定でのボールのサイズが  $2 / 32$  インチ以上  $10 / 32$  インチ以下。

（4）粘着剤層（B）の厚みが、 $5 \mu\text{m}$  以上  $50 \mu\text{m}$  以下。

【請求項 3】 二軸配向ポリエステルフィルム（A）の粘着剤層（B）を設けた反対面に、帯電防止剤および離形剤から選ばれた少なくとも 1 つの剤を含む層（C）を設ける請求項 1 または 2 記載の表面保護フィルム。

【請求項 4】 二軸配向ポリエステルフィルム（A）は、中心線平均粗さ（ $R_a$ ）が  $2 \text{ nm}$  以上  $500 \text{ nm}$  以下であり、かつ、一辺の長さ  $210 \text{ mm}$  とそれに直行する辺の長さ  $148 \text{ mm}$  の広さ（面積  $310.8 \text{ cm}^2$ ）当りのフィルムの中に大きさ  $25 \mu\text{m}$  以上の異物が存在せず、そして大きさが  $5 \mu\text{m}$  以上  $25 \mu\text{m}$  未満の異物が 10 個以下である請求項 1 記載の表面保護フィルム。

【請求項 5】 可視光線透過率が 70 % 以上であり、かつヘーズが 10 % 以下である請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の表面保護フィルム。

【請求項 6】 請求項 1 ～ 5 のいずれかに記載の表面保護フィルムの粘着剤層（B）の上に二軸配向ポリエステルフィルムを基材とした剥離紙を積層してなる積層体。

【請求項 7】 剥離紙を構成する二軸配向ポリエステルフィルムの少なくと

も片面に、シリコーン樹脂、フッ素樹脂および脂肪族ワックスから選ばれた少なくとも1種を含む層を積層してなる請求項6記載の積層体。

【請求項8】 偏光板、位相差板または視野角拡大フィルムから選ばれる少なくとも1つの表面保護に用いられる、請求項1～5のいずれかに記載の表面保護フィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は表面保護フィルムおよびそれからなる積層体に関し、詳しくは、相手基材に貼り合せた後軽く剥がれ、しかも経時させた後でも剥離力が高くなることなく、かつ表面粗さの粗い相手基材に貼り合せた際に気泡等の混入による浮きが生じない粘着剤層を有し、さらには、高透明で、貼り合せた相手基材の検査性を損なわない表面保護フィルムおよびそれからなる積層体に関する。

【0002】

【従来の技術】

表面保護フィルムは、一般的にプラスチックフィルムを基材とし、そのフィルムの片面に粘着剤層を設けた構成である。近年、光学用部品の表面保護用として、その用途はますます伸びている。例えば、テレビ、コンピュータ、ワードプロセッサやカーナビゲーション等の各種ディスプレイの製造時の表面保護に使用されており、中でも現在急激に伸びている液晶ディスプレイ表示板（LCD）等の表面保護、さらにその製造工程中の偏光板、位相差板や視野角拡大フィルム等の光学部品や光学積層体の表面保護に使用されている。一般的に、その表面保護フィルムの基材としては、ポリエチレンやポリプロピレン等の透明なオレフィン系フィルムが使用されており、液晶ディスプレイ等の製造組み立てが完了した後や実際の使用に際して、これらの表面保護フィルムは剥離して除去される。

【0003】

近年、TFT方式による液晶ディスプレイがその高精細さ、高応答性等の点により特に注目されており、その製造中における表面保護フィルムへの要求も厳しくなっている。例えば、偏光板や液晶ディスプレイ等の製造時、表面保護フィル

ムを貼り合せたまま製品の欠陥検査を行うことが多く、従来の様に、その基材がポリエチレンフィルム等のようなオレフィン系フィルムでは透明性が劣ったり、またフィッシュアイ等のゲル物が多いため、その欠陥検査において異物欠点となり、製品自体の検査を高精度に行うことが困難となってきた。また、表面保護フィルムは、偏光板や液晶ディスプレイ等に一度貼られると次の製造工程まで長時間貼られたままであることが多い。そして検査等の終了後、剥がした時に剥離力が高くなると作業性が悪くなったり、また、そのフィルムの粘着剤の一部が残り、ディスプレイの表示検査等で異物やひずみ等の欠陥が生じたりする問題があった。

#### 【0004】

また、偏光板等の液晶ディスプレイ部品の中には、表示部のぎらつき感を抑えるため、表面に微小な凹凸を設けることで、光の反射を抑制したものがある。一方、表面保護フィルムの粘着剤層は、粘着力を低くして再剥離性をもたせるため、例えば、粘着剤の凝集力を高めたり、ガラス転移温度（ $T_g$ ）の高い成分あるいはハードセグメントを多く含むこと等により、粘着剤層を硬くする方法をとることが一般に行われている。従って、このような粘着剤層を有する表面保護フィルムを表面に凹凸を設けた偏光板等の相手基材に貼り合せると、その凹凸面に表面保護フィルムの粘着剤が十分にぬれ広がらないため、凹凸面と粘着剤層が接触しない部分が多くなり、その部分で空気等が抜け切らず、気泡となって残り、欠点検査時に障害をきたす問題がある。

#### 【0005】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、かかる従来技術の問題を解消し、相手基材に貼り合せた後軽く剥がれ、しかも経時させた後でも剥離力が高くなることなく、かつ、表面粗さの粗い相手基材に貼り合せた際に気泡等の混入による浮きが生じない粘着剤層を有し、さらには、高透明で、貼り合せた相手基材の検査性を損なわない表面保護フィルムおよびそれからなる積層体を提供することにある。

#### 【0006】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者は、上記の問題を解決すべく鋭意検討した結果、特定の物性を有する粘着剤を用い、付加性能を持たせた二軸配向ポリエステルフィルムと組合せることで、改善された表面保護フィルムおよびそれからなる積層体が見出され、本発明に到達した。

## 【0007】

すなわち、本発明は、二軸配向ポリエステルフィルム（A）の片面に粘着剤層（B）を設けたフィルムであって、該フィルムの臨界面係数が0.5以下であることを特徴とする表面保護フィルム、および該粘着剤層（B）の上に二軸配向ポリエステルフィルムを基材とした剥離紙を積層した積層体である。

## 【0008】

そして、かかる表面保護フィルムは、以下の特性および構成を有することが好ましい。

ア．粘着剤層（B）の特性が下記（1）～（4）の条件を全て満足する。

（1）ステンレス板に対する常態粘着力が3 g/25 mm以上50 g/25 mm以下。

（2）貼合せ後60℃、1週間維持した前後の常態粘着力の変化率が0.5倍以上2.0倍以下。

（3）ボールタック測定でのボールのサイズが2/32インチ以上10/32インチ以下。

（4）粘着剤層（B）の厚みが、5 μm以上50 μm以下。

イ．二軸配向ポリエステルフィルム（A）の粘着剤層（B）を設けた反対面に、帯電防止剤および離形剤から選ばれた少なくとも1つの剤を含む層（C）を設ける。

ウ．二軸配向ポリエステルフィルム（A）は、中心線平均粗さ（Ra）が2 nm以上500 nm以下であり、かつ、一辺の長さ210 mmとそれに直行する辺の長さ148 mmの広さ（面積310.8 cm<sup>2</sup>）当りのフィルムの中に大きさ25 μm以上の異物が存在せず、そして大きさが5 μm以上25 μm未満の異物が10個以下である。

エ．表面保護フィルムの可視光線透過率が70%以上であり、かつヘーズが10

%以下である。

【0009】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明の表面保護フィルムは、少なくとも、基材となる二軸配向ポリエステルフィルム（A）と粘着剤層（B）からなる。さらには、その粘着層と反対の面に、帯電防止剤および離形剤の少なくとも1つの剤を含む層（C）を設けることができる。

【0010】

〔二軸配向ポリエステルフィルム〕

本発明においては、表面保護フィルムの基材（A層）や剥離紙の基材として、高い透明性、生産性、加工性に優れる二軸配向ポリエステルフィルムを用いる。二軸配向ポリエステルフィルムとしては、特に制限はないが、二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルム、あるいは二軸配向ポリエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレートフィルムが好ましい。また、その構成においては、共押出しによる任意の層数の多層構造をとってもよい。かかる二軸配向ポリエステルフィルムを構成するポリエステルは、芳香族二塩基酸成分とジオール成分とからなる結晶性の線状飽和ポリエステルであることが好ましく、例えばポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレート等を挙げることができる。また、これらの一部が他成分に置換された共重合体や、ポリアルキレングリコールあるいは他の樹脂との混合物であっても良い。

【0011】

上記の二軸配向ポリエステルフィルムは、逐次二軸延伸法、同時二軸延伸法等の従来から知られている方法で製造することができる。例えば、逐次二軸延伸法は以下の方法で行うことができる。上記ポリエステルポリマーを十分に乾燥してから、溶融押出し法にて、ダイ（例えばT-ダイ、I-ダイ等）から冷却ドラム上に押出し、急冷して未延伸フィルムまたは共押出し未延伸フィルムを製造し、続いて該未延伸フィルムを60～140℃の温度で縦方向に2～5倍の範囲で延伸し、次いで80～150℃の温度で横方向に2～5倍の範囲で延伸を行ない、

さらに160～260℃の温度で1～100秒間で熱固定することにより製造することができる。なお、熱固定処理は制限収縮下に行なってもよい。また、溶融押出しの際、静電密着法を使用することが好ましい。また、二軸配向ポリエステルフィルムの等方性は破断を特定方向に起こさせないためにも、できるだけ高い方が良く、例えば、前述の縦方向および横方向の延伸倍率を同じにすることが好ましい。

#### 【0012】

フィルムの厚みは特に制限はないが、5～500  $\mu\text{m}$ が好ましい。さらに好ましくは、貼り合せ等の加工性、生産性の向上を図るために、10～200  $\mu\text{m}$ が好ましい。

#### 【0013】

かかる二軸配向ポリエステルフィルムには、フィルムの巻取り時の滑り性、また、粘着剤塗工等の加工時のハンドリングを良好なものとするため、滑剤、例えば炭酸カルシウム、アルミナ、カオリン、シリカ、酸化チタン、硫酸バリウム、ゼオライト等のような無機微粒子や、シリコーン樹脂、架橋ポリスチレン、アクリル樹脂等の有機微粒子を含有させることができ、また他の添加剤、例えば安定剤、紫外線吸収剤、難燃剤、帯電防止剤等を含有させることもできる。微粒子や添加剤等の添加時期は、二軸配向ポリエステルフィルムを製膜する迄の段階であれば特に制限はなく、例えば重合段階で添加してもよく、また製膜の際に添加してもよい。

#### 【0014】

本発明における二軸配向ポリエステルフィルム(A)は、中心線平均粗さ(Ra)が2 nm以上500 nm以下であることが好ましい。Raが2 nm未満であると、加工の際、フィルムが滑り難い等の搬送性に支障を来すおそれがあり、また、500 nmより大きいと、透明性が悪くなることで検査性が低下したり、また、転写法で粘着剤層(B)を設ける際、二軸配向ポリエステルフィルムの凹凸のため粘着剤層(B)が均一に密着しないことが懸念される。

#### 【0015】

さらに、該二軸配向ポリエステルフィルム(A)においては、一辺の長さ21



0 mmとそれに直交する辺の長さ148 mmの広さ(面積 $310.8 \text{ cm}^2$ )当りのフィルムの中に $25 \mu\text{m}$ 以上の異物が存在せず、かつ $5 \mu\text{m}$ 以上 $25 \mu\text{m}$ 未満の異物が10個以下であることが好ましい。 $25 \mu\text{m}$ 以上の異物が存在すると、粘着剤の塗布時や転写時に、ボイド等が発生し、その大きさ以上にその部分だけ粘着剤が抜けたり、または盛り上がったため、目視でも確認できるくらいの局所的な外観欠点となることがある。また、 $5 \mu\text{m}$ 以上 $25 \mu\text{m}$ 未満の異物が10個より多いと、その大きさは目視では確認し難いが、欠点が目立つ恐れがある。

## 【0016】

## 〔粘着剤層(B)〕

二軸配向ポリエステルフィルムを表面保護として相手基材に貼り合せ固定するために、該二軸配向ポリエステルフィルム片面に粘着剤層を積層する。この粘着剤は、屋内だけでなく屋外での放置を考慮し、また検査時の様々な光線に耐えるため、特に紫外線に耐えることが必要なため、さらには、粘着剤層から貼り合せた相手基材への成分移行を防ぐため、アクリル系粘着剤が好ましい。

## 【0017】

偏光板等の液晶ディスプレイ部品の中には、表示部のぎらつき感を抑えるため、表面に微小な凹凸を設けたものもあり、その凹凸面に表面保護フィルムの粘着剤層が十分にぬれ広がり、空気等が気泡として残らないようにするために、粘着剤層をある程度軟らかくすることが好ましい。その軟らかさの指標として、臨界はね返り係数を用いる。本発明の表面保護フィルムは、臨界はね返り係数が0.5以下の粘着剤層を設ける。臨界はね返り係数が0.5より大きいと粘着剤層が硬過ぎることを意味し、表面保護フィルムを微小な凹凸を有する液晶ディスプレイ部品に貼り合せると、その凹凸の間に空気が閉じ込められ気泡が生じやすくなり、検査性に支障をきたす。なお、臨界はね返り係数は、表面保護フィルムの粘着剤層をガラス板に貼り合せ、粘着剤層の反対面から鉄球を自由落下させた時のはね返り係数を測定する。異なった直径の鉄球を用い、それぞれのはね返り係数を測定し、それを鉄球の直径の3乗に対しプロットし、直径を0に外挿した時ののはね返り係数と定義する。

## 【0018】

かかる表面保護フィルムの粘着剤層の厚みは、 $5\mu\text{m}$ 以上 $50\mu\text{m}$ 以下が好ましい。厚みが $5\mu\text{m}$ 未満であると、凹凸のある偏光板等に貼り合せた時、表面保護フィルムの基材である二軸配向ポリエステルフィルムの硬さに支配され、粘着剤が偏光板表面に十分ぬれ広がらず、また必要な粘着力が得られず、貼り合せた時に部分的に浮きが生じることがある。厚みが $50\mu\text{m}$ より大きいと、粘着力が必要以上に高くなったり、また粘着剤を塗設する時、厚みのコントロールや硬化の制御、さらにはコストの面でも問題となる。

## 【0019】

本発明における表面保護フィルムは、相手基材、例えば、偏光板やステンレス板等に貼り付けた後、容易に剥がれることが必要なため、粘着剤層のステンレス板に対する常態粘着力は、 $3\text{g}/25\text{mm}$ 以上 $50\text{g}/25\text{mm}$ 以下であることが好ましい。常態粘着力が $3\text{g}/25\text{mm}$ 未満であると、端捲れが発生したり、また、なんらかの接触で容易に剥がれることがあるので好ましくない。また、 $50\text{g}/25\text{mm}$ を超えると、例えば偏光板等から表面保護フィルムを剥離する工程で、容易に剥がれないため偏光板に不用意な力がかかり、変形するおそれがあるため好ましくない。

## 【0020】

また、かかる粘着剤層は、ステンレス板に貼り合わせ、 $60^{\circ}\text{C}$ 、1週間維持した前後の常態粘着力の変化率が0.5倍以上2.0倍以下が好ましい。変化率が0.5倍未満あるいは2.0倍より大きいと、自動で表面保護層の剥離を行う際、設定や管理が煩雑となり、特に変化率が大きいと剥離が困難となる。なお、本発明における常態粘着力は、ステンレス板に対するもので表わすが、これは偏光板等に対する粘着力はその表面に左右されやすく評価が困難であるのに対し、評価が容易であるためであり、ステンレス板に対する常態粘着力およびその変化率を上記範囲とすることにより偏光板等に対する適度な微粘着性を有し、しかも剥離力が変化しない表面保護フィルムを得ることができる。

## 【0021】

また、本発明における粘着剤層は、そのタック性において、ボールタック測定

でそのボールのサイズは2/32インチ以上10/32インチ以下であることが好ましい。1/32インチ以下であると、タック性がほとんどないために、相手基材に貼り合せた時に端捲れや浮きが発生することがある。11/32インチ以上であると、タック性が高くなり、粘着力が高くなったり、また、粘着剤自体が軟らかくなりすぎたりし、粘着剤の凝集力も低下し、剥がした後に糊残りが発生したりすることがある。表面保護フィルムを相手基材に貼り付けた後、次の製造組み立て工程や最終工程で剥がす必要があるが、その際粘着剤が剥がれずに残っていると、液晶ディスプレイ等の外観上の欠点となってしまう。

#### 【0022】

また、粘着層の中心線平均粗さ(Ra)は2nm以上500nm以下が好ましい。Raが500nmより大きいと、偏光版等に貼り合せた際に、粘着剤層が軟らかくとも完全に密着せず、歪みが生じたり、また凹みの部分で気泡等が生じたりし問題となる。なお、粘着剤層の中心線平均粗さは、非接触式3次元表面粗さ計を用いて積層フィルム表面をスキャンし、フィルム表面の変位を測定し、表面解析ソフトにより中心面平均粗さ(Ra)を求める。

#### 【0023】

使用するアクリル系粘着剤は特に限定されないが、上記特性を満足させるために、例えば以下に説明する粘着剤が好ましい。アクリル系粘着剤では、溶剤系、エマルジョン系等があるが、上記粘着物性を容易に得るには、溶剤系粘着剤が特に好ましい。アクリル溶剤系粘着剤としては、各種特性を満たすために、溶液重合で得られたものを使用する。原料としては、アクリル粘着剤の溶液重合用の公知のものを使用できる。例えば、骨格としての主モノマーとしては、エチルアクリレート、ブチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、オクリルアクリレート等のアクリル酸エステル、凝集力を向上させるためのコモノマーとしては、酢酸ビニル、アクリルニトリル、スチレン、メチルメタクリレート等、さらに高架橋を促進し、安定した低い粘着力を付与させるために官能基含有モノマーとして、メタクリル酸、アクリル酸、イタコン酸、ヒドロキシエチルメタクリレート、グリシジルメタクリレート等が挙げられるが、低い粘着性やタック性、および高い凝集力を持たせるために、イソシアネート系硬化剤で高架橋化を図るた

めに、特に水酸基を多く含むものが好ましい。また、凹凸のある相手基材に貼り合せた時に気泡等が発生しないために粘着剤層をある程度軟らかくするためには、上記成分の中でも、ガラス転移温度 ( $T_g$ ) が低い、骨格としての主モノマー成分を多く用い、また、一方では、 $T_g$  の高い、凝集力を向上させるためのモノマー成分を少なく用いることで可能となる。

## 【 0 0 2 4 】

粘着剤の合成においては、公知の方法で行うことができる。例えば、酢酸エチルやトルエン等の有機溶剤の存在下で、反応室内に必要な原料を投入し、ベンゾイルパーオキサイド等のパーオキサイド系やアゾビスイソブチロニトリル等のアゾビス系を触媒として、加熱下で重合できる。分子量を上げるためには、例えば、初期にモノマーを一括投入する方法や、また、使用する有機溶剤種では、トルエンは連鎖移動係数が大きいいためポリマー成長を抑制するので酢酸エチルを使用すると良い。この時、重量平均分子量 ( $M_w$ ) は 30 万以上が好ましく、40 万以上がさらに好ましい。分子量が 30 万未満では、イソシアネート硬化剤で架橋されても、凝集力が十分なものが得られず、荷重をかけての保持力評価でもすぐに落下したり、またステンレス板や偏光版等に貼り合せた後経時後に剥がした時、粘着剤がステンレス板や偏光版等に残ることがある。分子量の向上には、重合段階での制御が重要であるが、一般に溶剤系では十分な粘着力は得られても分子量は高くないため、使用時の硬化剤の添加量により分子量の向上ないしは架橋率の向上をはかる必要がある。

## 【 0 0 2 5 】

粘着剤の硬化剤としては、特定するものではないが、特にアクリル溶剤系では一般的なイソシアネート系、エポキシ系、アリジリン系硬化剤等が使用できる例えば、イソシアネート系硬化剤では、経時も安定した粘着力を得るために、より硬い粘着層とするために、トリレンジイソシアネート ( $TDI$ ) 等の芳香族系のタイプが好ましい。この粘着剤には、添加剤として、例えば安定剤、紫外線吸収剤、難燃剤、帯電防止剤等を含有させることもできる。再剥離性を持たせるため、また、粘着力を低く安定に維持するために、それらの成分が相手基材に移行しない程度に、ワックス等の有機樹脂、シリコーン、フッ素等の低表面エネルギー

一を有する成分を添加しても良い。例えば、ワックス等の有機樹脂では、高級脂肪酸エステルや低分子のフタル酸エステルを用いても良い。

【 0 0 2 6 】

粘着剤溶液の二軸配向ポリエステルフィルムへの塗布は、任意の段階で行うことができる。また、その塗液を二軸配向ポリエステルフィルムに塗布する際には、必要に応じて、密着性、塗工性を向上させるための予備処理として、二軸配向ポリエステルフィルム表面に火炎処理、コロナ放電処理、プラズマ放電処理などの物理的表面処理を施すか、あるいは、製膜中または製膜後において、有機樹脂系や無機樹脂系の塗料を塗布する化学的表面処理を施すことにより、粘着剤と二軸配向ポリエステルフィルムの密着性を強固にすることができる。

【 0 0 2 7 】

粘着剤の塗工方法としては、任意の公知の方法が使用でき、例えばダイコーター法、グラビアロールコーター法、ブレードコーター法、スプレーコーター法、エアナイフコート法、デップコート法等が好ましく挙げられ、単独または組合せて用いることができる。

【 0 0 2 8 】

二軸配向ポリエステルフィルムへの粘着剤の塗布は、先の塗工方式にて、直接フィルムに塗布しても良く、また、一度剥離紙に塗工して乾燥させた後、二軸配向ポリエステルフィルムを貼り合せて粘着剤を転写させても良い。より平滑な粘着層面を有する表面保護フィルムを作成するためには、平滑な表面を有する剥離紙に一度塗工し、これを二軸配向ポリエステルフィルムに転写させる方が好ましい。この時の乾燥温度は、残留溶剤ができるだけ少なくなることが好ましく、そのためには乾燥温度や時間は特定されないが、好ましくは50～150℃の温度で、10秒～5分の乾燥時間を設けることが良い。

【 0 0 2 9 】

粘着剤は流動性があるため、また、架橋剤としてイソシアネート系硬化剤等を使用する場合、加熱乾燥直後はまだ反応が完結しておらず、その反応を完了させ、安定した粘着力を得るためにも養生が必要である。一般的には、室温で約1週間以上、加熱した場合、例えば50℃位であると3日以上が好ましい。加熱の場

合、温度を上げすぎるとプラスチックフィルムの平面性が悪化するおそれがあるため、あまり上げすぎない方がよい。

#### 【0030】

[帯電防止剤および離形剤から選ばれた少なくとも1つの剤を含む層 (C)

]

本発明の表面保護フィルムには、二軸配向ポリエステルフィルムの粘着剤層の反対側に、表面保護層の剥離時に、偏光板に設けたTFIが剥離帯電による破壊を防ぐため、また、表面保護フィルムの片面に裁断した時のゴミや粘着剤が付着した場合、付着を防いだり、あるいは容易に除去するために、帯電防止剤および／または離形剤を含んだ層を設けることが好ましい。この帯電防止剤や離形剤は、混合して1層で設けてもよく、また、各々1層としてもよい。また、帯電防止層は、粘着剤層と混合してもよく、また粘着剤層と二軸配向ポリエステルフィルムとの間に設けてもよい。

#### 【0031】

帯電防止剤や離形剤は、層の強度の向上や、二軸配向ポリエステルフィルムへの密着性、耐水性、耐溶剤性、ブロッキング性等の向上のために、バインダーとして、熱可塑性ポリエステル樹脂、アクリル樹脂等の熱可塑性樹脂、熱硬化性アクリル樹脂、ウレタン樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂等の熱硬化性樹脂等の高分子化合物を含有させることが好ましい。さらに架橋剤としては、メチロール化あるいはアルキロール化したメラミン系、尿素系、アクリルアミド系等の化合物、エポキシ化合物、ポリイソシアネートから選ばれた少なくとも1種類を含有することが特に好ましい。

#### 【0032】

帯電防止剤としては、特に限定はされないが、例えば、第4級アンモニウム塩、ピリジニウム塩、第1～3級アミノ基等のカチオン性を有する各種カチオン性帯電防止剤、スルホン酸塩基、硝酸エステル塩基、リン酸エステル塩基等のアニオン性を有するアニオン性帯電防止剤、アミノ酸系、アミノ硫酸エステル系等の両性帯電防止剤、7シアルコール系、グリセリン系、ポリエチレングリコール系等のノニオン性帯電防止剤等の各種界面活性剤型帯電防止剤、さらには上記の高

分子化したもの等が使用できる。また、ポリアニリン、ポリピロール、ポリチオフェン等の導電性ポリマーやスズ、アンチモン系フィラーを分散したものも使用できる。さらには、銀、スズ等の金属層を気相成長法や真空蒸着法、スパッター法またはプラズマCVD法等で設けても良い。

## 【0033】

離形剤としては、表面保護フィルム面の汚れ防止が目的であるため、適度な剥離力を有し、耐久性があることが好ましい。かかる離形剤としては、シリコーン系、フッ素系やアルキルポリマー系の離形剤等が挙げられる。工程内へのコンタミネーションを防ぐ意味で、移行性の特に低いアルキルポリマー系が好ましい。

## 【0034】

帯電防止剤や離形剤を二軸配向ポリエステルフィルム設ける場合、製膜時に結晶配向が完了する前や、あるいは結晶配向が完了した製膜後に塗布することができる。二軸配向ポリエステルフィルムへの塗布方法としては、公知の任意の方法が適用できる。例えば、ロールコート法、グラビアコート法、リバースコート法、スプレーコート法などを単独あるいは組合せて使用できる。

## 【0035】

本発明の表面保護フィルムは、容易な検査性のため高い透明性が要求される。具体的には、光線透過率が70%以上であり、またヘーズが10%以下であることが好ましい。光線透過率が70%未満であり、またヘーズが10%より大きいと、透明性が悪いために、例えば表面保護フィルムを偏光版と貼り合せた時の異物等の欠点検査において、異物を検知できないことが懸念される。

## 【0036】

## 〔剥離紙〕

本発明においては、表面保護フィルムの粘着剤層を保護する目的で、剥離紙を設けた積層体の構成をとることが好ましい。また剥離紙の基材としては二軸配向ポリエステルフィルムを用いることが好ましい。この二軸配向ポリエステルフィルムは、前述の表面保護フィルムの二軸配向ポリエステルフィルム(A)と同じ構成のものを用いることが好ましい。

## 【0037】

かかる剥離紙の少なくとも片面に、離形層を形成することが好ましい。離形層成分としては、例えばシリコン樹脂、フッ素樹脂、脂肪族等ワックスあるいはオレフィン系樹脂等を挙げることができる。また、粘着剤の種類によっては離形層を設けなくても良い。かかる離形層を形成する成分には、本発明の目的を妨げない範囲で公知の各種添加剤を配合することができる。この添加剤としては、例えば紫外線吸収剤、顔料、消泡剤、帯電防止剤等を挙げることができる。離形層の塗設は離形層を形成する成分を含む塗液を基材フィルムに塗布し、加熱乾燥させて塗膜を形成させることにより行なうことができる。加熱条件としては80～160℃で10～120秒間、特に120～150℃で20～60秒間が好ましい。塗布方法は、任意の公知の方法が使用でき、例えばロールコーター法、ブレードコーター法等が好ましく挙げられる。

## 【0038】

本発明においては、剥離紙用基材フィルムである二軸配向ポリエステルフィルムと離形層の密着性を高めるために、基材フィルムと離形層の間に接着層を設けることが好ましい。この接着層を形成する成分としては、例えば離形層がシリコン樹脂層の場合、シランカップリング剤が好ましい。このシランカップリング剤としては一般式 $Y-Si-X_3$ で表されるものがさらに好ましい。ここで、Yは例えばアミノ基、エポキシ基、ビニル基、メタクリル基、メルカプト基等で代表される官能基、Xはアルコキシ基で代表される加水分解性の官能基を表す。かかる接着層の厚みは、0.01～5 $\mu m$ の範囲が好ましく、0.02～2 $\mu m$ の範囲が特に好ましい。接着層の厚みが上記の範囲であると基材フィルムと離形層の密着性が良好となり、かつ接着層を設けた基材フィルムがブロッキングしにくいため、離形フィルムの取り扱いで問題が生じにくい利点がある。

## 【0039】

## 【実施例】

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお、実施例、比較例における各物性値は次のように測定した。

## 【0040】



(1) 臨界はね返り係数

表面保護フィルムをガラス板に貼り合せ、室温にて30分放置する。その後、粘着層の反対面の表面保護フィルムの上へ、高さ20cmの位置より鉄球（密度 $7.5\text{ g/cm}^3$ ）を自由落下させ、はね返ったときの高さ $H$ （cm）を測定する。 $H$ を20で除した値をはね返り係数とする。次に、異なった直径の鉄球（JIS Z-0237に規定するボールタックに使用する鉄球）を用い同様に測定し、その鉄球の直径の3乗に対し各はね返り係数をプロットした後、直径を0に外挿した時のはね返り係数を求め、臨界はね返り係数とする。

【0041】

(2) 常態粘着力

洗浄されたステンレス板の上に、表面保護フィルムを直接ゴムローラー（軽荷重）で貼りつけ、その上から2kgゴムローラーにて1往復し、密着させる。そのまま温度 $23^{\circ}\text{C}$ 、湿度 $55 \pm 5\% \text{ RH}$ の条件下で1日放置し、その後25mm幅の短冊状に切り取る。これを引張試験機（東洋精機（株）製ストログラフ）に取り付けステンレス板を固定し、積層フィルムの方を、 $300\text{ mm/分}$ で $180^{\circ}$ にて引張り、その強度をもって常態粘着力とする。

【0042】

(3)  $60^{\circ}\text{C}$ 、1週間後の粘着力および変化率

上記常態粘着力と同様に作成したサンプルを、 $60^{\circ}\text{C}$ で1週間放置した後、室温に戻し、30分放置した後の粘着力を引張り試験機にて測定し、1週間後の粘着力とする。そして、この値を常態粘着力の値で除した値を変化率とする。

【0043】

(4) ボールタック

JIS Z-0237に基づき、表面保護フィルムの粘着層をボールタック測定器に取り付け、測定する。この時の、粘着層上で止まった最大ボールサイズをタック値とする。傾斜角 $30^{\circ}$ とする。

【0044】

(5) 光線透過率／ヘーズ

光線透過率は $550\text{ nm}$ の波長において、透過率を測定（日本精密光学（株）

製、ポイックヘーズメーターSEP-HS-D1型)する。

【0045】

(6) プラスチックフィルム内異物数

プラスチックフィルムサンプルを縦210mm×横148mm(面積310.8cm<sup>2</sup>)に切取り、このフィルムの全範囲をクロスニコル法にて目視検査による異物検査を行った。次に検出されたサンプルフィルムの中の異物を、光学顕微鏡を用いて透過光により観察し、光学的に異常な範囲として観察される部分の最大径を異物の大きさとした。なお、異物粒子周辺に存在する空洞(ボイド)が光学的に異常な範囲として観察される場合は異物粒子の大きさに含めた。そして、異物粒子の大きさを5μm以上25μm未満のものおよび25μm以上のものに分別して数えて求めた。

【0046】

(7) 表面欠点数

得られた表面保護フィルムを偏光板に貼り合せ、縦210mm×横148mm(面積310.8cm<sup>2</sup>)に切取り、蛍光灯下でその反射光にて表面の凹凸を目視にて確認できるレベルのものをカウントする。

【0047】

[実施例1]

アクリル系粘着剤として、主モノマーとして、2-エチルヘキシルアクリレート、コモノマーとして酢酸ビニル、官能基含有モノマーとしてヒドロキシエチルメタクリレートを7:2:1の比で、酢酸エチルの溶剤下で反応触媒としてアゾビスイソブチロニトリルを用い溶液重合し、重量平均分子量約45万の粘着剤用ポリマーを調製した。次に、平均粒径0.15μmの真球状シリカ粒子を0.1重量%含有した固有粘度0.62のポリエチレンテレフタレートポリマーを押出し機で熔融して、ダイスから40℃に維持してある回転冷却ドラム上に、静電密着法を用いて密着させて急冷し未延伸フィルムとした。次いで、この未延伸フィルムを縦方向に3.5倍、引き続き横方向に3.6倍延伸し、さらに220℃にて熱固定を行なって厚さ50μmの二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルムを得た。

## 【0048】

先の粘着剤用ポリマーにTDI系イソシアネート架橋剤を添加し、下記の通りに作成した剥離紙に乾燥後の厚みが $20\mu\text{m}$ になるように塗布し、その後二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルムのコロナ処理を行った面を貼り合せ、転写法にて積層フィルムを作成し、 $60^{\circ}\text{C}$  3日のエージング処理を行いサンプルを得た。

## 【0049】

また、剥離紙として、厚み以外は前述と同じ方法で作成した厚み $38\mu\text{m}$ の二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルムの片面に、下記に示す方法で調製した塗液を $6\text{g}/\text{m}^2$  (wet) の塗布量で塗布し、 $140^{\circ}\text{C}$ の温度で1分間加熱乾燥および硬化させて離形層の厚さが $0.1\mu\text{m}$ の離形フィルムを作成した。シリコーン塗液は、ビニル基を有するポリジメチルシロキサンとジメチルハイドロジェンシランからなる付加反応タイプの硬化型シリコーンをトルエン溶媒中に溶解させ、固形分濃度が2%の溶液とし、この溶液に白金触媒を添加して作成した。この積層フィルムの特性を表1に示す。

## 【0050】

## [比較例1]

下記アクリル系粘着剤以外は実施例1と同様に作成した。アクリル系粘着剤として、主モノマーとして、2-エチルヘキシルアクリレート、コモノマーとして酢酸ビニル、官能基含有モノマーとしてヒドロキシエチルメタクリレートを4:4:2の比で、酢酸エチルの溶剤下で反応触媒としてアゾビスイソブチロニトリルを用い溶液重合し、重量平均分子量約30万の粘着剤用ポリマーを調製した。この積層フィルムの特性を表1に示す。

## 【0051】

## [比較例2]

粘着剤層の厚みを $2\mu\text{m}$ にする以外は比較例1と同様に作成した。この積層フィルムの特性を表1に示す。

## 【0052】

## [比較例3]

実施例 1 において、表面保護フィルムの基材として、二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルムをポリエチレンフィルムに変えた以外は、同様にサンプルを作成し、その特性を表 1 に示す。ポリエチレンフィルムは、密度 0.925、メルトインデックス 2.5 のポリエチレン樹脂をインフレーションで製膜した 50  $\mu$ m 厚みのフィルムにコロナ処理を施して使用した。

【0053】

【表 1】

		実施例 1	比較例 1	比較例 2	比較例 3
基材フィルム		PET	PET	PET	PE
臨界はね返り係数		0.4	0.7	0.6	0.3
表面保護フィルム異物数					
25 $\mu$ m 以上	コ	0	0	0	15
5 $\mu$ m 以上 25 $\mu$ m 未満	コ	3	4	4	10
SUS 常態粘着力	g/25mm	12	8	2	11
60℃1 週間経時後 SUS 粘着力	g/25mm	14	10	4	13
粘着力変化率		1.2	1.3	2.0	1.2
ボールタック	1/32 インチ	4	1	2	4
光線透過率/ヘーズ	%/%	85/6	82/7	82/7	65/12
表面欠点数	コ	0	0	0	18
Ra=300 $\mu$ m 偏光板に 貼り合せ後気泡外観		なし	あり	なし 端捲れ	なし ブツ多
欠点検査性		○	○	×	×

【0054】

表 1 中、PET はポリエチレンテレフタレート、PE はポリエチレンを表わす。

表 1 より明らかなように、実施例に示した本発明の表面保護フィルムは、相手基材に貼り合せた後軽く剥がれ、しかも経時させた後でも重くなることなく、かつ、表面の粗い相手基材に対して貼り合せた時に気泡等の混入による浮きが生じ

ない粘着剤層を有し、さらには、高透明で、貼り合せた相手基材の検査性を損なわないものである。

【 0 0 5 5 】

【発明の効果】

本発明の表面保護フィルムは、偏光板等の液晶ディスプレイ関連部品製造時に使用することで、表面に凹凸のある相手基材に対しても気泡の混入がなく、その粘着力の低さおよび経時変化の小さいことから生産性、歩留り向上等となり、また、異物の少ないポリエステルフィルムを基材とすることで透明性が良く検査性も向上できる。さらには、粘着層の反対面に帯電防止処理や離形処理を持たせることで、剥離時の帯電の抑制や表面のゴミ等の除去も容易になる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 相手基材に貼り合せた後軽く剥がれ、しかも経時させた後でも重くなることなく、かつ、表面の粗い相手基材に対して貼り合せた時に気泡等の混入による浮きが生じない粘着剤層を有し、さらには、高透明で、貼り合せた相手基材の検査性を損なわない表面保護用積層フィルム、およびそれからなる積層体を提供する。

【解決手段】 二軸配向ポリエステルフィルム（A）の片面に粘着剤層（B）を設けたフィルムであって、該フィルムの臨界はね返り係数が0.5以下であることを特徴とする表面保護フィルム、および該表面保護フィルムの粘着剤層（B）の上に二軸配向ポリエステルフィルムを基材とした剥離紙を積層してなる積層体。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000003001]

1. 変更年月日 1990年 8月28日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号  
氏 名 帝人株式会社

**THIS PAGE LEFT BLANK**